

PCT
 WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
 Internationales Büro
 INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
 INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)



| | | |
|---|---|---|
| (51) Internationale Patentklassifikation ⁵ : G01N 11/14 | A1 | (11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 94/20832 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 15. September 1994 (15.09.94) |
| (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/AT93/00036 (22) Internationales Anmeldedatum: 3. März 1993 (03.03.93) (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): VIANOVA KUNSTHARZ AKTIENGESELLSCHAFT [AT/AT]; Bundessstrasse 175, A-8402 Werdorf (AT). (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): GESSNER, Werner [AT/AT]; Auersperggasse 23, A-8010 Graz (AT). (74) Anwalt: PFEIFER, Otto; Schütz u. Partner, Fleischmannsgasse 9, A-1040 Wien (AT). | (81) Bestimmungsstaaten: AU, BG, BR, CA, CZ, FI, HU, JP, KR, NO, NZ, PL, RO, RU, SK, UA, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE). Veröffentlicht Mit internationalem Recherchenbericht. | |

(54) Title: **PROCESS AND DEVICE FOR FINDING THE RHEOLOGICAL PROPERTIES OF LIQUIDS**

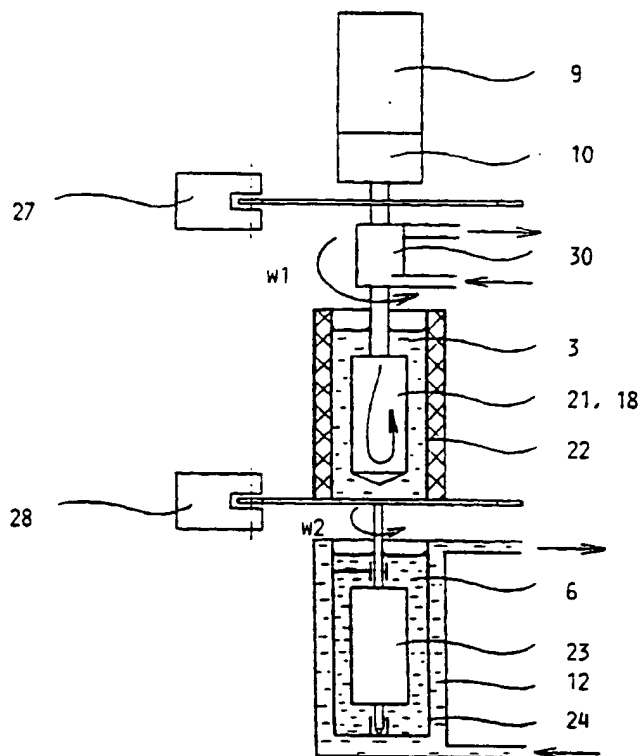
(54) Bezeichnung: **VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR BESTIMMUNG DER RHEOLOGISCHEN EIGENSCHAFTEN VON FLÜSSIGKEITEN**

(57) Abstract

The description relates to a process and a device for finding the rheological properties of liquids by the use of two mechanically coupled rotation viscosimeters, in which an explicit measurement of the torque may be dispensed with and the viscosity of the sample to be investigated is determined by the measurement of the angular velocities of two bodies in rotation.

(57) Zusammenfassung

Beschrieben werden ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften von Flüssigkeiten mittels Verwendung von zwei mechanisch gekoppelten Rotationsviskosimetern, wobei auf eine explizite Messung des Drehmoments verzichtet werden kann und die Viskosität der zu untersuchenden Probe durch die Messung der Winkelgeschwindigkeiten zweier Rotationskörper bestimmt wird.



LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

| | | | | | |
|----|--------------------------------|----|-----------------------------------|----|--------------------------------|
| AT | Österreich | GA | Gabon | MR | Mauretanien |
| AU | Australien | GB | Vereinigtes Königreich | MW | Malawi |
| BB | Barbados | GE | Georgien | NE | Niger |
| BE | Belgien | GN | Guinea | NL | Niederlande |
| BF | Burkina Faso | GR | Griechenland | NO | Norwegen |
| BG | Bulgarien | HU | Ungarn | NZ | Neuseeland |
| BJ | Benin | IE | Irland | PL | Polen |
| BR | Brasilien | IT | Italien | PT | Portugal |
| BY | Belarus | JP | Japan | RO | Rumänien |
| CA | Kanada | KE | Kenya | RU | Russische Föderation |
| CF | Zentrale Afrikanische Republik | KG | Kirgisistan | SD | Sudan |
| CG | Kongo | KP | Demokratische Volksrepublik Korea | SE | Schweden |
| CH | Schweiz | KR | Republik Korea | SI | Slowenien |
| CI | Côte d'Ivoire | KZ | Kasachstan | SK | Slowakei |
| CM | Kamerun | LI | Liechtenstein | SN | Senegal |
| CN | China | LK | Sri Lanka | TD | Tschad |
| CS | Tschechoslowakei | LU | Luxemburg | TG | Togo |
| CZ | Tschechische Republik | LV | Lettland | TJ | Tadschikistan |
| DE | Deutschland | MC | Monaco | TT | Trinidad und Tobago |
| DK | Dänemark | MD | Republik Moldau | UA | Ukraine |
| ES | Spanien | MG | Madagaskar | US | Vereinigte Staaten von Amerika |
| FI | Finnland | ML | Mali | UZ | Usbekistan |
| FR | Frankreich | MN | Mongolei | VN | Vietnam |

- 1 -

Verfahren und Vorrichtung zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften von Flüssigkeiten

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vor-
5 richtung zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften von Flüssigkeiten mittels Verwendung von zwei mechanisch gekoppelten Rotationsviskosimetern, wobei auf eine explizite Messung des Drehmoments verzichtet werden kann und die Viskosität der zu untersuchenden
10 Probe durch die Messung der Winkelgeschwindigkeiten zweier Rotationskörper bestimmt wird.

Herkömmliche Rotationsviskosimeter erfassen die Winkelgeschwindigkeit zwischen zwei Rotationskörpern,
15 deren Spalt mit der zu untersuchenden Flüssigkeit gefüllt ist, verknüpfen diese mit dem Drehmoment, das zur Aufrechterhaltung der Relativbewegung zwischen den Rotationskörpern erforderlich ist und leiten daraus die dynamische Viskosität ab.

20 Die Drehmomentmessung erfolgt bei der überwiegenden Zahl der Viskosimeter durch Messung der Verformung eines elastischen Körpers. Als Beispiele dafür können die Gerätebeschreibung des VISCOTRON® der Firma BRA-
25 BENDER, BRD, weiters die AT-PS 392 354 und die EP 225 955 A1 angeführt werden. Vielfach wird ein herkömmlich aufgebauter Antriebsmotor für die Scherung der Probe gleichzeitig als Drehmomentwandler verwendet, indem dessen Stromaufnahme gemessen wird.
30 Derartige Geräte arbeiten üblicherweise in der Be-

- 2 -

triebsart, welche man als "Vorgabe der Scherrate" bezeichnen kann.

5 Bei einer weiteren Gruppe von Viskosimetern werden für den Antrieb und die Drehmomentmessung speziell dafür entwickelte Wandlermotore verwendet, die höchsten Ansprüchen bezüglich Linearität und Dynamikbereich genügen müssen. Diese Geräte sind für die Betriebsart "Vorgabe der Schubspannung" ausgelegt.

10

Der Dynamikbereich der Drehmomentmessung hängt von der Lagerreibung der Meßwelle und von der Stabilität, Linearität und dem Auflösungsvermögen des Drehmomentwandlers ab und beträgt bei der Geräteklasse, die das Drehmoment über die Deformation eines elastischen Körpers bestimmt, typisch nur $1 : 10^2$. So werden für das VISCOTRON® als Mindestanzeige 10 % der maximal möglichen Anzeige (= 1999) angegeben, woraus sich eine Auflösung von etwa 1 % ($\frac{1}{199}$) ergibt. Die Empfindlichkeit kann elektronisch höchstens um den Faktor 10 erweitert werden.

20

Eine weitere Anpassung an die jeweilige Aufgabenstellung muß durch die Änderung der Scherrate (Änderung der Drehzahl oder der Geometrie des Meßkörpers) erfolgen. Bei nicht Newton'schem Fließverhalten erhält man dabei jedoch unterschiedliche Meßergebnisse für dieselbe Probe.

25

30 Aus der US-PS 3,667,286 ist ein Viskosimeter bekannt, welches vorzugsweise für die Bestimmung der Viskosi-

- 3 -

tät von Blut entwickelt wurde. Es weist einen mit konstanter Drehzahl angetriebenen zylindrischen Behälter für die Probe und einen um diesen ringförmig angeordneten Behälter für eine Referenzflüssigkeit sowie einen Oberteil auf. Dieser besteht aus einem zylindrischen "Block", der in den zylindrischen Behälter für die Probe eintaucht und aus einem mit diesem verbundenen ringförmigen "Block", der in der Referenzflüssigkeit schwimmt. Bei der Messung wird der ringförmige Behälter für die Referenzflüssigkeit durch einen zweiten Motor in die Gegenrichtung bewegt, wobei die Geschwindigkeit des zweiten Motors so gesteuert wird, daß der Oberteil zum Stillstand gebracht wird. Aus dem Vergleich der Drehzahlen der beiden Motoren in diesem Zustand wird die Viskosität der Probe abgeleitet. Zur Vermeidung von größeren Abweichungen der Ergebnisse bei niedrigen Viskositäten müssen die mit der Probe in Berührung kommenden Geräteteile jeweils mit benetzbaren bzw. nicht benetzbaren Materialien (z.B. Glas, Wachs) beschichtet werden.

Das Gerät ist durch die Art der Kraftübertragung und durch das Schwimmverhalten des Oberteils für die Messung von Blut ausgelegt, sodaß es für die Messung andersartiger Proben, vor allem von solchen mit hoher Viskosität, nur beschränkt oder nicht einsetzbar ist. Diese Anordnung hat weiters den Nachteil, daß die exakte Einstellung des Stillstandes des Oberteils über längere Zeit kaum zu erreichen ist, wodurch präzise Messungen nicht möglich sind.

- 4 -

Gegenstand der vorliegenden Anmeldung sind ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften von Flüssigkeiten, wobei man an sich bekannte Eigenschaften Newton'scher Flüssigkeiten vorteilhaft so anwendet, daß man ohne explizite Drehmomentmeßvorrichtung auskommt und die Viskosität der zu untersuchenden Probe nur durch die Messung der Winkelgeschwindigkeiten zweier Rotationskörper ermittelt.

10

Die im folgenden Text verwendeten Bezugsnummern sind auf den Seiten 18 und 19 zusammengefaßt und beziehen sich auf die Funktionszeichnungen in Fig. 1, Fig. 2 und Fig. 3.

15

Die Erfindung betrifft demgemäß ein Verfahren zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften von Flüssigkeiten mittels einer Vorrichtung, die aus zwei mechanisch gekoppelten, rotationssymmetrischen Körpern und deren rotationssymmetrischen Gegenflächen, welche einen Meßspalt und einen Referenzspalt bilden, besteht, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man den Meßspalt (3) des Meßsystems (21, 22) mit der zu untersuchenden Probe und den Referenzspalt (6) des Referenzsystems (23, 24) mit einer Referenzflüssigkeit beschickt, nach Temperierung der beiden befüllten Systeme den Meßsystemteil (21) durch den Antriebsmotor (9) über das Anpassungsgetriebe (10) mit der Winkelgeschwindigkeit w_1 in Drehung versetzt, wodurch über die zu untersuchende Probe eine viskose Kopplung auf den Meßsystemteil (22) erfolgt und der

30

- 5 -

mechanisch gekoppelte Rotor (22, 23) in Drehung versetzt wird, dessen Winkelgeschwindigkeit w_2 bestimmt und über die Beziehung $\eta_1 = \frac{k_1}{k_2} \cdot \eta_2 \cdot \frac{w_2}{w_1 - w_2}$, wobei

- 5 η_1 Viskosität der Probe
- η_2 Viskosität der Referenzflüssigkeit
- k_1 Apparatekonstante des Meßsystems (21, 22)
- k_2 Apparatekonstante des Referenzsystems (23, 24)
- w_1 Winkelgeschwindigkeit des Rotationskörpers (21)
- 10 im Meßsystem (21, 22)
- w_2 Winkelgeschwindigkeit des Rotors (22, 23)
- $w_1 - w_2$ Relativbewegung im Meßspalt (3)

bedeuten, die Viskosität der Probe berechnet.

- 15
- Es bildet sich ein dynamisches Gleichgewicht zwischen zwei Drehmomenten aus, welche gleich groß, aber entgegengesetzt gerichtet sind. Das Drehmoment M_1 entsteht durch die Einleitung einer Drehbewegung mit der
- 20 Winkelgeschwindigkeit w_1 in den rotationssymmetrischen Körper (21), welches zu einer Scherung der Flüssigkeit im Meßspalt (3) führt. Das so erzeugte Drehmoment M_1 bewirkt mittels einer viskosen Kopplung über die zu untersuchende Probe eine Drehbewegung des
- 25 aus der rotationssymmetrischen Gegenfläche (22) des Meßsystems und des rotationssymmetrischen Körpers (23) im Referenzsystem gebildeten Rotors (22, 23) mit der Winkelgeschwindigkeit w_2 , welche ihrerseits über das induzierte Drehmoment M_2 zur Scherung der Referenzflüssigkeit im Referenzspalt (6) führt. Die Win-
- 30 kelgeschwindigkeit w_2 steigt so lange an, bis sich

- 6 -

die beiden Drehmomente M_1 und M_2 aufheben, was sich durch folgende Gleichungen beschreiben läßt:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = k \cdot \frac{M}{\dot{\omega}} \dots M = \frac{\eta \cdot \dot{\omega}}{k}$$

5

$$M_1 = \eta_1 \cdot \frac{\omega_1 - \omega_2}{k_1} \quad M_2 = \eta_2 \cdot \frac{\omega_2}{k_2}$$

$$\Sigma M = 0 \dots \eta_1 \frac{\omega_1 - \omega_2}{k_1} - \eta_2 \frac{\omega_2}{k_2} = 0$$

10

M_1 Drehmoment am rotationssymmetrischen Körper des Meßsystems (21)

M_2 Drehmoment am rotationssymmetrischen Körper des Referenzsystems (23)

15

Man erhält daraus $\eta_1 = \eta_2 \cdot \frac{k_1}{k_2} \cdot \frac{\omega_2}{\omega_1 - \omega_2}$, wobei ω_2 immer kleiner oder gleich ω_1 ist. Das Drehmoment scheint in expliziter Form in dieser Gleichung nicht mehr auf.

20

Es wird somit die gesamte Messung der rheologischen Eigenschaften der Probe auf die Erfassung zweier Winkelgeschwindigkeiten reduziert, was mit sehr hoher Genauigkeit und in einem sehr hohen Dynamikbereich realisierbar ist. In Fig. 4 ist die Abhängigkeit der Winkelgeschwindigkeiten ω_1 und ω_2 von der Viskosität η_1 der Probe graphisch dargestellt.

25

30

- 7 -

Die in der Probe herrschenden Scherbedingungen erhält man aus den Gleichungen:

$$D_1 = k_{D1} \cdot (w_1 - w_2) \text{ bzw. } \tau_1 = k_{\tau 1} \cdot w_2$$

5

D_1 Scherrate im Meßspalt (3)

k_{D1} auf die Scherrate bezogene Gerätekonstante

10

τ_1 Schubspannung im Meßspalt (3)

$k_{\tau 1}$ auf die Schubspannung bezogene Gerätekonstante.

15

Wird der Antriebsmotor (9) über einen Regelkreis in Abhängigkeit von den gemessenen Winkelgeschwindigkeiten angesteuert, so können beide Betriebsarten, die "Vorgabe der Scherrate" und die "Vorgabe der Schubspannung", durch die Art der Signalauswertung realisiert werden.

20

Bei "Vorgabe der Scherrate" wird die Winkelgeschwindigkeit w_1 so eingestellt, daß $D_1 = k_{D1} \cdot (w_1 - w_2)$ einem vorgegebenen Wert entspricht. Bei "Vorgabe der Schubspannung" wird die Winkelgeschwindigkeit w_1 so lange erhöht, bis $\tau_1 = k_{\tau 1} \cdot w_2$ einen vorgegebenen Wert erreicht.

25

Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich besonders für Meßaufgaben unter stationären Fließbedingungen.

30

Eine Ausbildung des Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, daß man den Referenzspalt (6) des Referenz-

- 8 -

systems (23, 24) mit der zu untersuchenden Probe und den Meßspalt (3) des Meßsystems (21, 22) mit einer Referenzflüssigkeit beschickt, nach Temperierung der beiden befüllten Systeme den Meßsystemteil (21) durch
 5 den Antriebsmotor (9) über das Anpassungsgetriebe (10) mit der Winkelgeschwindigkeit w_1 in Drehung versetzt, wodurch über die Referenzflüssigkeit eine viskose Kopplung auf den Meßsystemteil (22) erfolgt und der mechanisch gekoppelte Rotor (22, 23) in Drehung
 10 versetzt wird, dessen Winkelgeschwindigkeit w_2 bestimmt und über die Beziehung $\eta_1 = \frac{k_2}{k_1} \cdot \eta_2 \cdot \frac{w_1 - w_2}{w_2}$, wobei

η_1 Viskosität der Probe
 η_2 Viskosität der Referenzflüssigkeit
 15 k_1 Apparatekonstante des Meßsystems (21, 22)
 k_2 Apparatekonstante des Referenzsystems (23, 24)
 w_1 Winkelgeschwindigkeit des Rotationskörpers (21) im Meßsystem (21, 22)
 w_2 Winkelgeschwindigkeit des Rotors (22, 23)
 20 $w_1 - w_2$ Relativbewegung im Meßspalt (3)

bedeuten, die Viskosität der Probe berechnet.

Eine weitere Ausbildung des Verfahrens ist dadurch
 25 gekennzeichnet, daß man den Meßspalt (3) des Meßsystems (21, 22) mit der zu untersuchenden Probe und den Referenzspalt (6) des Referenzsystems (23, 24) mit einer Referenzflüssigkeit beschickt, nach Temperierung der beiden befüllten Systeme bei stillstehen-
 30 dem Meßsystemteil (21) die Gegenfläche des Referenzsystems (24) durch den Antriebsmotor (25) über das

- 9 -

Anpassungsgetriebe (26) mit der Winkelgeschwindigkeit w_3 in Drehung versetzt, wodurch über die Referenzflüssigkeit eine viskose Kopplung auf den Referenzsystemteil (23) erfolgt und der mechanisch gekoppelte Rotor (22, 23) in Drehung versetzt wird, dessen Winkelgeschwindigkeit w_4 bestimmt und über die Beziehung $\eta_1 = \frac{k_1}{k_2} \cdot \eta_2 \cdot \frac{w_3 - w_4}{w_4}$, wobei

| | | |
|----|-------------|---|
| | η_1 | Viskosität der Probe |
| 10 | η_2 | Viskosität der Referenzflüssigkeit |
| | k_1 | Apparatekonstante des Meßsystems (21, 22) |
| | k_2 | Apparatekonstante des Referenzsystems (23, 24) |
| | w_3 | Winkelgeschwindigkeit der Gegenfläche (24) des Referenzsystems (23, 24) |
| 15 | w_4 | Winkelgeschwindigkeit des Rotors (22, 23) |
| | $w_3 - w_4$ | Relativbewegung im Referenzspalt (6) |

bedeuten, die Viskosität der Probe berechnet.

Bei diesen beiden Ausbildungen des erfindungsgemäßen Verfahrens sind nur die Trägheit des Rotors (22, 23) und die von der Scherrate unabhängige Viskosität der Referenzflüssigkeit für die Stabilität des Regelkreises von Bedeutung. Somit eignen sie sich besonders für Meßaufgaben unter nichtstationären Fließbedingungen.

Die Erfindung betrifft weiters eine Vorrichtung zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften von Flüssigkeiten, bestehend aus zwei mechanisch gekoppelten, rotationssymmetrischen Körpern und deren rotations-

- 10 -

symmetrischen Gegenflächen, welche einen Meßspalt und einen Referenzspalt bilden, und aus den zur Messung der Winkelgeschwindigkeiten erforderlichen Winkelabnehmern, welche dadurch gekennzeichnet ist, daß der

5 die zu untersuchende Probe aufnehmende Meßspalt (3) aus dem über ein Anpassungsgetriebe (10) mit dem Antriebsmotor (9) verbundenen, mit der Winkelgeschwindigkeit w_1 angetriebenen rotationssymmetrischen Meßsystemteil (21) und aus dem durch eine viskose Kopp-

10 lung über die zu untersuchende Probe angetriebenen rotationssymmetrischen Meßsystemteil (22), und daß der die Referenzflüssigkeit aufnehmende Referenzspalt (6) aus dem rotationssymmetrischen Referenzsystemteil (23) und aus dem feststehenden rotationssymmetrischen

15 Referenzsystemteil (24) besteht, wobei der Meßsystemteil (22) mit dem mechanisch gekoppelten und drehbar gelagerten Referenzsystemteil (23) den sich mit der Winkelgeschwindigkeit w_2 drehenden Rotor (22, 23) bildet.

20 Eine Ausbildung der Vorrichtung ist dadurch gekennzeichnet, daß der die Referenzflüssigkeit aufnehmende Meßspalt (3) aus dem über ein Anpassungsgetriebe (10) mit dem Antriebsmotor (9) verbundenen, mit der Winkelgeschwindigkeit w_1 angetriebenen rotationssymmetrischen Meßsystemteil (21) und aus dem durch eine viskose Kopplung über die Referenzflüssigkeit angetriebenen rotationssymmetrischen Meßsystemteil (22),

25 und daß der die zu untersuchende Probe aufnehmende Referenzspalt (6) aus dem rotationssymmetrischen Referenzsystemteil (23) und aus dem feststehenden rota-

30

- 11 -

tionssymmetrischen Referenzsystemteil (24) besteht, wobei der Meßsystemteil (22) mit dem mechanisch gekoppelten und drehbar gelagerten Referenzsystemteil (23) den sich mit der Winkelgeschwindigkeit w_2 drehenden Rotor (22, 23) bildet.

Schließlich ist eine weitere Ausbildung der Vorrichtung dadurch gekennzeichnet, daß der die Referenzflüssigkeit aufnehmende Referenzspalt (6) aus dem über ein Anpassungsgetriebe (26) mit dem Antriebsmotor (25) verbundenen, mit der Winkelgeschwindigkeit w_3 angetriebenen rotationssymmetrischen Referenzsystemteil (24) und aus dem durch eine viskose Kopplung über die Referenzflüssigkeit angetriebenen rotationssymmetrischen Referenzsystemteil (23), und daß der die zu untersuchende Probe aufnehmende Meßspalt (3) aus dem rotationssymmetrischen Meßsystemteil (22) und dem stillstehenden Meßsystemteil (21) besteht, wobei der Meßsystemteil (22) mit dem mechanisch gekoppelten und drehbar gelagerten Referenzsystemteil (23) den sich mit der Winkelgeschwindigkeit w_4 drehenden Rotor (22, 23) bildet.

Zur Erreichung der großen Meßdynamik der erfindungsgemäßen Vorrichtungen ist es erforderlich, daß die Erfassung der Winkelgeschwindigkeiten der bewegten Teile w_1 und w_2 bzw. w_3 und w_4 berührungslos und rückwirkungsfrei erfolgt, und daß die Winkelabnehmer (27), (28) bzw. (29) eine entsprechend große Bandbreite besitzen. Digital arbeitende optische, opto-

- 12 -

elektronische oder magnetische Systeme erfüllen diese Voraussetzungen.

- 5 Die Winkelabnehmer (27), (28) bzw. (29) sind je nach Verwendungszweck als Kombination einer optischen Strichscheibe mit einer Lichtschranke oder als eine indirekt arbeitende Auswertevorrichtung nach dem Noniusprinzip, z.B. optisch durch Abbildung eines Strichmusters auf ein CCD-Array oder induktiv durch
10 die Verbindung eines magnetisch codierten Musters mit einem Feldplattenarray oder mit Hall-Generatoren, ausgeführt, wodurch auch bei extrem kleinen Scherraten bzw. Schubspannungen gemessen werden kann.
- 15 Für das Meßsystem und das Referenzsystem ist jede der für Rotationsviskosimeter bekannten Kombinationen, wie Zylinder-Zylinder, Platte-Kegel und Platte-Platte geeignet.
- 20 Die Lagerung des Rotors (1, 5) bzw. (22, 23) erfolgt möglichst reibungsarm, bevorzugt mit hochwertigen Gleit- oder Wälzlagern. Für sehr anspruchsvolle Meßaufgaben im Low-Shear-Bereich sind Luftlager vorzusehen.
- 25 Als Referenzflüssigkeit, welche ein streng Newton'sches Fließverhalten und eine geringe Alterung der rheologischen Eigenschaften aufweisen muß, wird ein entsprechendes Eichöl auf der Basis von Mineral- oder Siliconölen verwendet.
30

- 13 -

Die Referenzflüssigkeit wird vorteilhaft auch zur Schmierung der Rotor-Lager benützt, um möglichst lange eine stabile "Reibung" des Rotors (1, 5) bzw. (22, 23) zu erreichen. Der überwiegende Teil dieser "Lagerreibung" des Rotors ist viskoser Natur; diese wird
5 von der Gerätekonzstante berücksichtigt und geht daher nicht als Fehler in das Meßergebnis ein.

Es ist ein besonderes Merkmal der erfindungsgemäßen Vorrichtung, daß sowohl die Meß- als auch die Referenzflüssigkeit durch die Verwendung von Wärmetauschern temperiert werden. Für den in das Antriebssystem integrierten Wärmetauscher (18) ist eine Wellendichtung (30) als Übergabeelement vorzusehen. Das
10 dabei entstehende Reibungsmoment belastet nur den Antriebsmotor (9) bzw. (25), es geht aber nicht in das Meßergebnis ein.
15

Der in der erfindungsgemäßen Vorrichtung verwendete Antriebsmotor (9) bzw. (25) kann in herkömmlicher Bauweise ausgeführt sein.
20

Wegen der Forderung nach einer einfachen Befüllung und Reinigung des Meßsystems benützt die bevorzugte Anordnung (siehe Fig. 3) als Meßsystem die Kombination Platte (1) und Kegel (2) und als Referenzsystem die Kombination Innenzylinder (5) und Außenzylinder (4). Dabei ist der Kegel (2) über das Anpassungsgetriebe (10) mit dem Antriebsmotor (9) verbunden. Die
25 Platte (1) des Meßsystems ist mit dem Innenzylinder (5) des Referenzsystems mechanisch gekoppelt und
30

- 14 -

drehbar gelagert; gemeinsam bilden sie den Rotor (1, 5). Der hohle Außenzylinder (4) steht still. Der Innenzylinder (5) ist ebenfalls als Hohlzylinder ausgeführt, um eine bessere Temperierung der Referenzflüssigkeit (8) zu erreichen. Wird nun der Kegel (2) mit der Winkelgeschwindigkeit w_1 in Drehung versetzt, erfolgt über die Probe (7) eine viskose Kopplung auf die Platte (1), wodurch der Rotor (1, 5) mit der Winkelgeschwindigkeit w_2 in Drehung versetzt wird; die Probe (7) wird im Meßspalt (3) und die Referenzflüssigkeit (8) wird im Referenzspalt (6) gesichert, wobei das Drehmoment am Meßspalt (3) gleich dem Drehmoment am Referenzspalt (6) ist. Die sich einstellende Drehbewegung w_2 des Rotors (1, 5) erfolgt im Verhältnis von Viskosität der Probe (7) zur Viskosität der Referenzflüssigkeit (8), bewertet über die Geometrien des Meß- (3) bzw. des Referenzspalts (6) entsprechend der im Hauptanspruch angegebenen Beziehung.

In einer besonders günstigen Ausführungsform ist der Rotor (1, 5) nur an einem Punkt gelagert, wobei der Schwerpunkt des Rotors (1, 5) unter der Lagerung liegt, damit sich der Meßspalt (3) selbsttätig durch leichtes Kippen der Achse des Rotors (1, 5) symmetrieren kann.

Gegebenenfalls ist auch der Einbau einer üblichen Zweipunktlagerung durch eine mit dem Rotor (1, 5) fest verbundenen Welle möglich.

30

- 15 -

Die Probe (7) wird über einen speziellen Wärmetauscher (18), der den sich drehenden Kegel (2) über die Temperierflüssigkeit und die Wellendichtung (30) temperiert, auf die gewünschte Temperatur T_1 gebracht, wobei in diesem Fall die Platte (1), die Referenzflüssigkeit (8) und die Temperierflüssigkeit (12) dieselbe Temperatur aufweisen ($T_1 = T_2$). Die thermisch isolierende Zwischenschicht (19) unter der Platte wird in diesem Fall nicht eingebaut. Man erreicht eine außerordentlich gute Temperierung der Probe von beiden Seiten, und damit eine hohe Genauigkeit der Messungen auch bei Platte-Kegel-Systemen.

Bei Verwendung der thermisch isolierenden Zwischenschicht (19) und bei einer Temperierung der Probe (7) durch den in den Kegel (2) integrierten Wärmetauscher (18) erhält man wegen der reduzierten Wärmeverluste immer noch günstigere thermische Verhältnisse in der Probe als bei herkömmlichen Platte-Kegel-Systemen. Zusätzlich ergibt sich jedoch die Möglichkeit, über die Variation der Temperatur T_2 der Referenzflüssigkeit (8) die Viskosität derselben in einem weiten Bereich zu variieren (eine Erhöhung der Temperatur um 50°C bewirkt eine typische Verringerung der Viskosität auf weniger als ein Zehntel des Anfangswertes). Die Anzeige der Temperatur T_1 des Kegels (2) mit der Probe (7) bzw. der Temperatur T_2 der Referenzflüssigkeit (8) geschieht bevorzugt mit zwei unabhängigen Meßgeräten (17) ($T_1 \neq T_2$).

30

- 16 -

Ein einfacher und vorteilhafter Aufbau ergibt sich, wenn man die Referenzflüssigkeit (8) zugleich als Temperierflüssigkeit (12) verwendet.

5 Eine weitere Ausführung der Meßvorrichtung benutzt als Innenzylinder (5) des Referenzsystems einen Hohlzylinder (Doppelspaltsystem), womit sich besonders günstige Verhältnisse bei der Temperierung der Referenzflüssigkeit (8) bzw. gegebenenfalls der Platte
10 (1) über diesen Hohlzylinder ergeben. Weiters erreicht man mit dieser Anordnung höhere Drehmomente und ein kleines Massenträgheitsmoment.

15 Für die Reinigung der Platte (1) nach der Messung wird der Rotor (1, 5) durch eine Bremse festgehalten.

In Fig. 4 ist der Zusammenhang zwischen der gemessenen Winkelgeschwindigkeit w_2 in Abhängigkeit von der Viskosität η_1 der Probe für verschiedene vorgegebene Winkelgeschwindigkeiten w_1 dargestellt, wobei für
20 $\frac{K_1}{K_2} = 1$ und für die Viskosität der Referenzflüssigkeit $\eta_2 = 1$ Pas eingesetzt wurde. Dies gilt auch für die im folgenden behandelten Beispiele; sie sollen den Einsatzbereich dieses Verfahrens illustrieren. Weiters wurde den Beispielen ein Meßkegel mit einem Winkel
25 von 5° ($\alpha = 0,0873$ rad) und ein Auflösungsvermögen der Winkelmeßvorrichtungen $A_1 = A_2 = 50.000$ Teilstriche je Umdrehung zugrunde gelegt. Die in der Meßzeit anfallenden Zählimpulse wurden mit z_1 bzw. z_2 bezeichnet.

30

- 17 -

- 5 A) Wenn die Viskosität einer Probe $\eta_1 = 10 \text{ Pas}$ und $w_1 = 100 \text{ s}^{-1}$ beträgt, erhält man für $w_2 = 90,91 \text{ s}^{-1}$, $D_1 = 104,1 \text{ s}^{-1}$, $\tau_1 = 1041 \text{ Pa}$. Das bedeutet, daß bei einer Meßzeit $t = 1 \text{ s}$ $z_1 = 795.775$ bzw. $z_2 = 723.439$ und $z_1 - z_2 = 72.336$ Zählimpulse anfallen.
Kommentar: Diese Bedingungen für w_2 , D_1 und τ_1 können auf herkömmlichen Viskosimetern gemessen werden. Die Werte für z_1 und z_2 sind problemlos für eine rechnergestützte Weiterverarbeitung geeignet.
- 10 B) Dieselbe Probe, gemessen bei $w_1 = 0,1 \text{ s}^{-1}$, ergibt für $w_2 = 0,09091 \text{ s}^{-1}$, $D_1 = 0,1041 \text{ s}^{-1}$, $\tau_1 = 1,041 \text{ Pa}$. Das bedeutet, daß bei einer Meßzeit $t = 6 \text{ s}$ $z_1 = 4774$ bzw. $z_2 = 4340$ und $z_1 - z_2 = 434$ Zählimpulse entstehen.
Kommentar: Die Bedingungen für w_2 , D_1 und τ_1 entsprechen dem "Low Shear"-Bereich und sind nur mit hochwertigen Rheometern meßbar. Die Werte für z_1 und z_2 sind ausreichend groß für eine sinnvolle rechnergestützte Weiterverarbeitung.
- 15 C) Wenn eine Probe mit unbekannter Viskosität bei $w_1 = 10 \text{ s}^{-1}$ gemessen wird, erhält man bei einer Meßzeit von 6 s für $z_1 = 477.462$ bzw. $z_2 = 477$ und $z_1 - z_2 = 476.985$ Zählimpulse. Daraus ergibt sich die Viskosität der Probe mit $0,001 \text{ Pas} = 1 \text{ mPas}$; weiters $w_2 = 0,00999 \text{ s}^{-1}$, $D_1 = 114,4 \text{ s}^{-1}$ und $\tau_1 = 0,114 \text{ Pa}$.
- 20 Kommentar: Obwohl die Probe "wasserdünn" ist, kann sie unter Anwendung extrem kleiner Schubspannungen gemessen werden. Die Werte für z_1 und z_2 sind für eine rechnergestützte Auswertung geeignet.
- 25
- 30

- 18 -

Bezugsnummern für Fig. 1, Fig. 2 und Fig. 3

- | | | |
|----|------|---|
| | (1) | Platte |
| | (2) | Kegel |
| 5 | (3) | Meßspalt |
| | (4) | Außenzylinder |
| | (5) | Innenzylinder |
| | | (Platte 1 + Innenzylinder 5 = Rotor 1,5) |
| | (6) | Referenzspalt |
| 10 | (7) | Probe |
| | (8) | Referenzflüssigkeit |
| | (9) | Antriebsmotor |
| | (10) | Anpassungsgetriebe |
| | (11) | Winkelabnehmer des Kegels (2) |
| 15 | (12) | Temperierflüssigkeit des Referenzspaltes |
| | (13) | Steuer- und Auswertungsrechner |
| | (14) | Eingabetastatur |
| | (15) | Ausgabeeinheit |
| | (16) | Leistungsverstärker für Antriebsmotor |
| 20 | (17) | Temperaturmeßgeräte |
| | (18) | Wärmetauscher |
| | (19) | thermisch isolierende Zwischenschicht |
| | (20) | Winkelabnehmer des Rotors (1, 5) |
| | (21) | rotationssymmetrischer Körper des Meßsystems |
| 25 | (22) | rotationssymmetrische Gegenfläche des Meßsystems |
| | (23) | rotationssymmetrischer Körper des Referenzsystems |
| | (24) | rotationssymmetrische Gegenfläche des Referenzsystems |
| 30 | (25) | Antriebsmotor |

- 19 -

- (26) Anpassungsgetriebe
- (27) Winkelabnehmer des rotationssymmetrischen
Körpers im Meßsystem (21)
- (28) Winkelabnehmer des Rotors (22, 23)
- 5 (29) Winkelabnehmer der rotationssymmetrischen
Gegenflächen des Referenzsystems (24)
- (30) Wellendichtung für Wärmetauscher (18)

10

15

20

25

30

- 20 -

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften von Flüssigkeiten mittels einer Vorrichtung, die aus zwei mechanisch gekoppelten, rotationssymmetrischen Körpern und deren rotationssymmetrischen Gegenflächen, welche einen Meßspalt und einen Referenzspalt bilden, besteht, dadurch gekennzeichnet, daß man den Meßspalt (3) des Meßsystems (21, 22) mit der zu untersuchenden Probe und den Referenzspalt (6) des Referenzsystems (23, 24) mit einer Referenzflüssigkeit beschickt, nach Temperierung der beiden befüllten Systeme den Meßsystemteil (21) durch den Antriebsmotor (9) über das Anpassungsgetriebe (10) mit der Winkelgeschwindigkeit w_1 in Drehung versetzt, wodurch über die zu untersuchende Probe eine viskose Kopplung auf den Meßsystemteil (22) erfolgt und der mechanisch gekoppelte Rotor (22, 23) in Drehung versetzt wird, dessen Winkelgeschwindigkeit w_2 bestimmt und über die Beziehung $\eta_1 = \frac{k_1}{k_2} \cdot \eta_2 \cdot \frac{w_2}{w_1 - w_2}$, wobei

| | | |
|----|-------------|---|
| | η_1 | Viskosität der Probe |
| | η_2 | Viskosität der Referenzflüssigkeit |
| 25 | k_1 | Apparatekonstante des Meßsystems (21, 22) |
| | k_2 | Apparatekonstante des Referenzsystems (23, 24) |
| | w_1 | Winkelgeschwindigkeit des Rotationskörpers (21) im Meßsystem (21, 22) |
| 30 | w_2 | Winkelgeschwindigkeit des Rotors (22, 23) |
| | $w_1 - w_2$ | Relativbewegung im Meßspalt (3) |

- 21 -

bedeuten, die Viskosität der Probe berechnet.

2. Ausbildung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man den Referenzspalt (6) des Referenzsystems (23, 24) mit der zu untersuchenden Probe und den Meßspalt (3) des Meßsystems (21, 22) mit einer Referenzflüssigkeit beschickt, nach Temperierung der beiden befüllten Systeme den Meßsystemteil (21) durch den Antriebsmotor (9) über das Anpassungsgetriebe (10) mit der Winkelgeschwindigkeit w_1 in Drehung versetzt, wodurch über die Referenzflüssigkeit eine viskose Kopplung auf den Meßsystemteil (22) erfolgt und der mechanisch gekoppelte Rotor (22, 23) in Drehung versetzt wird, dessen Winkelgeschwindigkeit w_2 bestimmt und über die Beziehung $\eta_1 = \frac{k_2}{k_1} \cdot \eta_2 \cdot \frac{w_1 - w_2}{w_2}$, wobei

| | | |
|----|-------------|---|
| | η_1 | Viskosität der Probe |
| | η_2 | Viskosität der Referenzflüssigkeit |
| 20 | k_1 | Apparatekonstante des Meßsystems (21, 22) |
| | k_2 | Apparatekonstante des Referenzsystems (23, 24) |
| | w_1 | Winkelgeschwindigkeit des Rotationskörpers (21) im Meßsystem (21, 22) |
| 25 | w_2 | Winkelgeschwindigkeit des Rotors (22, 23) |
| | $w_1 - w_2$ | Relativbewegung im Meßspalt (3) |

bedeuten, die Viskosität der Probe berechnet.

- 30 3. Ausbildung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man den Meßspalt (3) des Meß-

- 22 -

systems (21, 22) mit der zu untersuchenden Probe und den Referenzspalt (6) des Referenzsystems (23, 24) mit einer Referenzflüssigkeit beschickt, nach Temperierung der beiden befüllten Systeme bei stillstehendem Meßsystemteil (21) die Gegenfläche des Referenzsystems (24) durch den Antriebsmotor (25) über das Anpassungsgetriebe (26) mit der Winkelgeschwindigkeit w_3 in Drehung versetzt, wodurch über die Referenzflüssigkeit eine viskose Kopplung auf den Referenzsystemteil (23) erfolgt und der mechanisch gekoppelte Rotor (22, 23) in Drehung versetzt wird, dessen Winkelgeschwindigkeit w_4 bestimmt und über die Beziehung $\eta_1 = \frac{k_1}{k_2} \cdot \eta_2 \cdot \frac{w_3 - w_4}{w_4}$, wobei

15

η_1 Viskosität der Probe

η_2 Viskosität der Referenzflüssigkeit

k_1 Apparatekonstante des Meßsystems (21, 22)

k_2 Apparatekonstante des Referenzsystems (23, 24)

20

w_3 Winkelgeschwindigkeit der Gegenfläche (24) des Referenzsystems (23, 24)

w_4 Winkelgeschwindigkeit des Rotors (22, 23)

$w_3 - w_4$ Relativbewegung im Referenzspalt (6)

25

bedeuten, die Viskosität der Probe berechnet.

30

4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die gemessenen Winkelgeschwindigkeiten über einen Regelkreis zur Steuerung eines Antriebsmotors herangezogen werden, wobei ent-

- 23 -

weder die Scherrate oder die Schubspannung in der Probe vorgegeben werden.

5. Vorrichtung zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften von Flüssigkeiten, bestehend aus zwei mechanisch gekoppelten, rotationssymmetrischen Körpern und deren rotationssymmetrischen Gegenflächen, welche einen Meßspalt und einen Referenzspalt bilden, und aus den zur Messung der Winkelgeschwindigkeiten erforderlichen Winkelabnehmern, dadurch gekennzeichnet, daß der die zu untersuchende Probe aufnehmende Meßspalt (3) aus dem über ein Anpassungsgetriebe (10) mit dem Antriebsmotor (9) verbundenen, mit der Winkelgeschwindigkeit w_1 angetriebenen rotationssymmetrischen Meßsystemteil (21) und aus dem durch eine viskose Kopplung über die zu untersuchende Probe angetriebenen rotationssymmetrischen Meßsystemteil (22), und daß der die Referenzflüssigkeit aufnehmende Referenzspalt (6) aus dem rotationssymmetrischen Referenzsystemteil (23) und aus dem feststehenden rotationssymmetrischen Referenzsystemteil (24) besteht, wobei der Meßsystemteil (22) mit dem mechanisch gekoppelten und drehbar gelagerten Referenzsystemteil (23) den sich mit der Winkelgeschwindigkeit w_2 drehenden Rotor (22, 23) bildet.
6. Ausbildung der Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß der die Referenzflüssigkeit aufnehmende Meßspalt (3) aus dem über ein Anpassungsgetriebe (10) mit dem Antriebsmotor (9)

- 24 -

verbundenen, mit der Winkelgeschwindigkeit w_1 angetriebenen rotationssymmetrischen Meßsystemteil (21) und aus dem durch eine viskose Kopplung über die Referenzflüssigkeit angetriebenen rotations-

5 symmetrischen Meßsystemteil (22), und daß der die zu untersuchende Probe aufnehmende Referenzspalt (6) aus dem rotationssymmetrischen Referenzsystem-

10 teil (23) und aus dem feststehenden rotationssymmetrischen Referenzsystemteil (24) besteht, wobei der Meßsystemteil (22) mit dem mechanisch gekoppelten und drehbar gelagerten Referenzsystemteil (23) den sich mit der Winkelgeschwindigkeit w_2 drehenden Rotor (22, 23) bildet.

15 7. Ausbildung der Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß der die Referenzflüssigkeit aufnehmende Referenzspalt (6) aus dem über ein Anpassungsgetriebe (26) mit dem Antriebsmotor (25) verbundenen, mit der Winkelgeschwindigkeit w_3

20 angetriebenen rotationssymmetrischen Referenzsystemteil (24) und aus dem durch eine viskose Kopplung über die Referenzflüssigkeit angetriebenen rotationsymmetrischen Referenzsystemteil (23), und daß der die zu untersuchende Probe aufnehmende

25 Meßspalt (3) aus dem rotationsymmetrischen Meßsystemteil (22) und dem stillstehenden Meßsystemteil (21) besteht, wobei der Meßsystemteil (22) mit dem mechanisch gekoppelten und drehbar gelagerten Referenzsystemteil (23) den sich mit der Winkelgeschwindigkeit w_4 drehenden Rotor (22, 23) bildet.

30

- 25 -

8. Vorrichtung nach den Ansprüchen 5 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Meßsystem und das Referenzsystem aus Kombinationen von Zylinder-Zylinder, Platte-Platte oder Platte-Kegel bestehen.
5
9. Vorrichtung nach den Ansprüchen 5 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die zu messenden Winkelgeschwindigkeiten digital, berührungslos und rückwirkungsfrei erfaßt werden.
10
10. Vorrichtung nach den Ansprüchen 5 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die zur Messung der Winkelgeschwindigkeiten erforderlichen Winkelabnehmer einen magnetisch, optisch oder opto-elektronisch arbeitenden Nonius aufweisen.
15
11. Vorrichtung nach den Ansprüchen 5 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Lagerung des Rotors (22, 23) durch reibungsarme Gleit- oder Wälzlager oder gegebenenfalls durch Luftlager erfolgt.
20
12. Vorrichtung nach den Ansprüchen 5 und 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Schmierung der Lager des Rotors (22, 23) mit der Referenzflüssigkeit erfolgt.
25
13. Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß in den zur Scherung der Meßflüssigkeit verwendeten Meßsystemteil (21) ein Wärmetauscher (18) integriert ist.
30

- 26 -

14. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß in den zur Scherung der Referenzflüssigkeit verwendete Meßsystemteil (21) ein Wärmetauscher (18) integriert ist.
- 5
15. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß in den zur Scherung der Referenzflüssigkeit verwendeten Referenzsystemteil (24) ein Wärmetauscher (18) integriert ist.
- 10
16. Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß als Meßsystem (1, 2) eine Kombination Platte-Kegel und als Referenzsystem (4, 5) eine Kombination Innenzylinder-Außenzylinder benutzt wird, wobei der Kegel (2) über das Anpassungsgetriebe (10) mit dem Antriebsmotor (9) verbunden ist und die Platte (2) mit dem Innenzylinder (5) mechanisch gekoppelt und drehbar gelagert den Rotor (1, 5) bildet und der Außenzylinder (4) stillsteht.
- 15
- 20
17. Vorrichtung nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß der aus der Platte (1) des Meßsystems und aus dem Innenzylinder (5) des Referenzsystems gebildete Rotor (1, 5) nur an einem Punkt gelagert ist, wobei der Schwerpunkt dieses Rotors unter der Lagerung des Rotors liegt.
- 25
18. Vorrichtung nach den Ansprüchen 16 und 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperierung des Meßsystems (1, 2) und des Referenzsystems (4, 5) ge-
- 30

- 27 -

meinsam oder getrennt, im letzteren Fall nach Zwischenschaltung einer thermisch isolierenden Zwischenschicht (19), und gegebenenfalls auf verschiedene Temperaturen eingestellt, erfolgt.

5

19. Vorrichtung nach den Ansprüchen 16 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß der Innenzylinder (5) des Referenzsystems als von innen und außen temperierbarer Hohlzylinder ausgeführt ist.

10

15

20

25

30

2/4

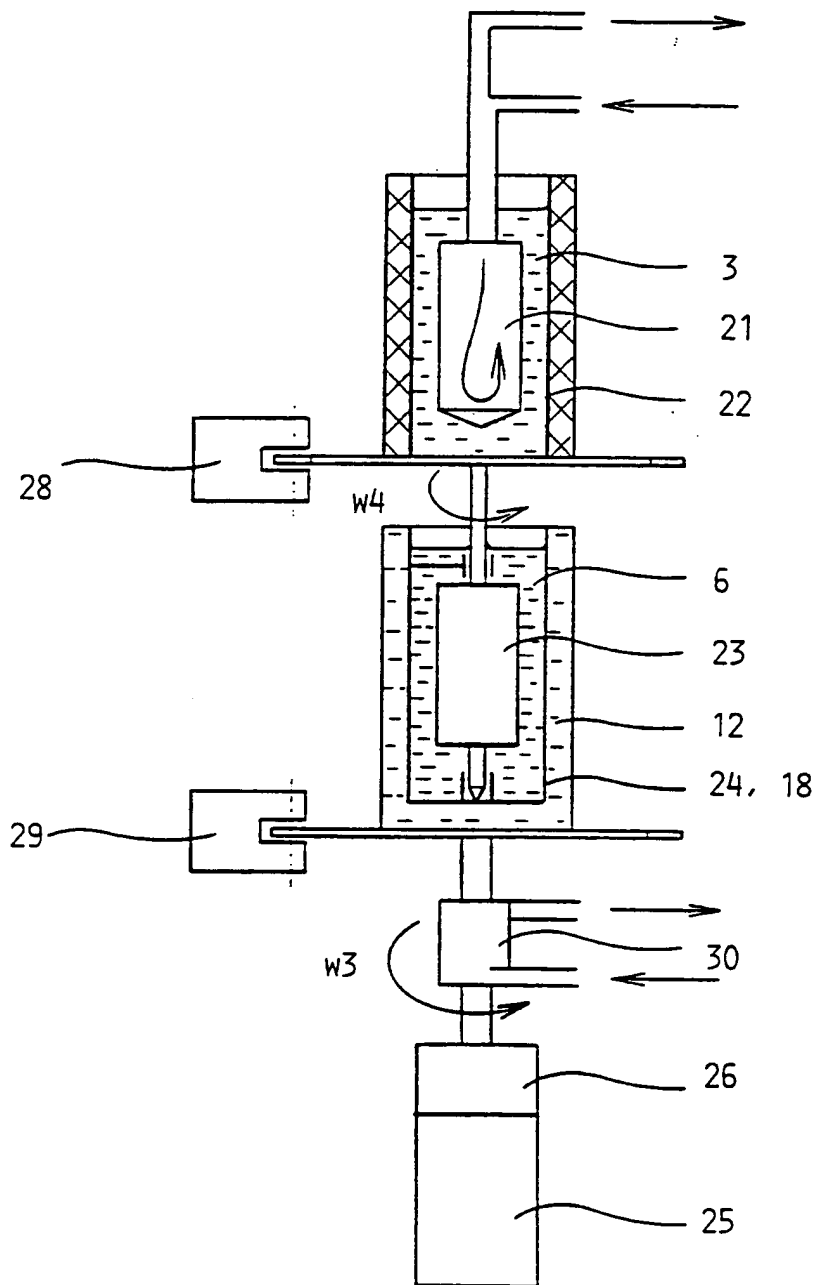


Fig. 2

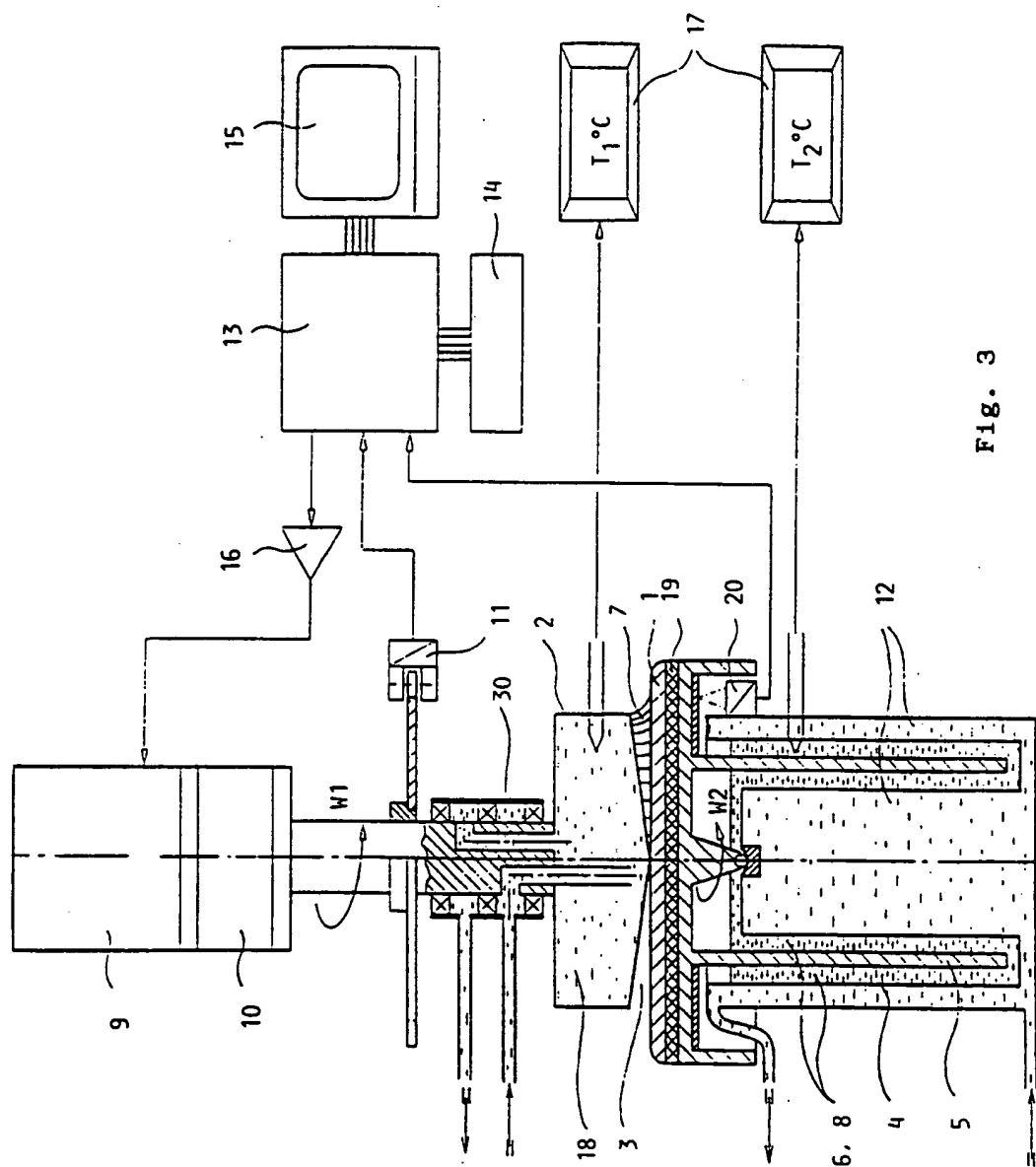


Fig. 3

4/4

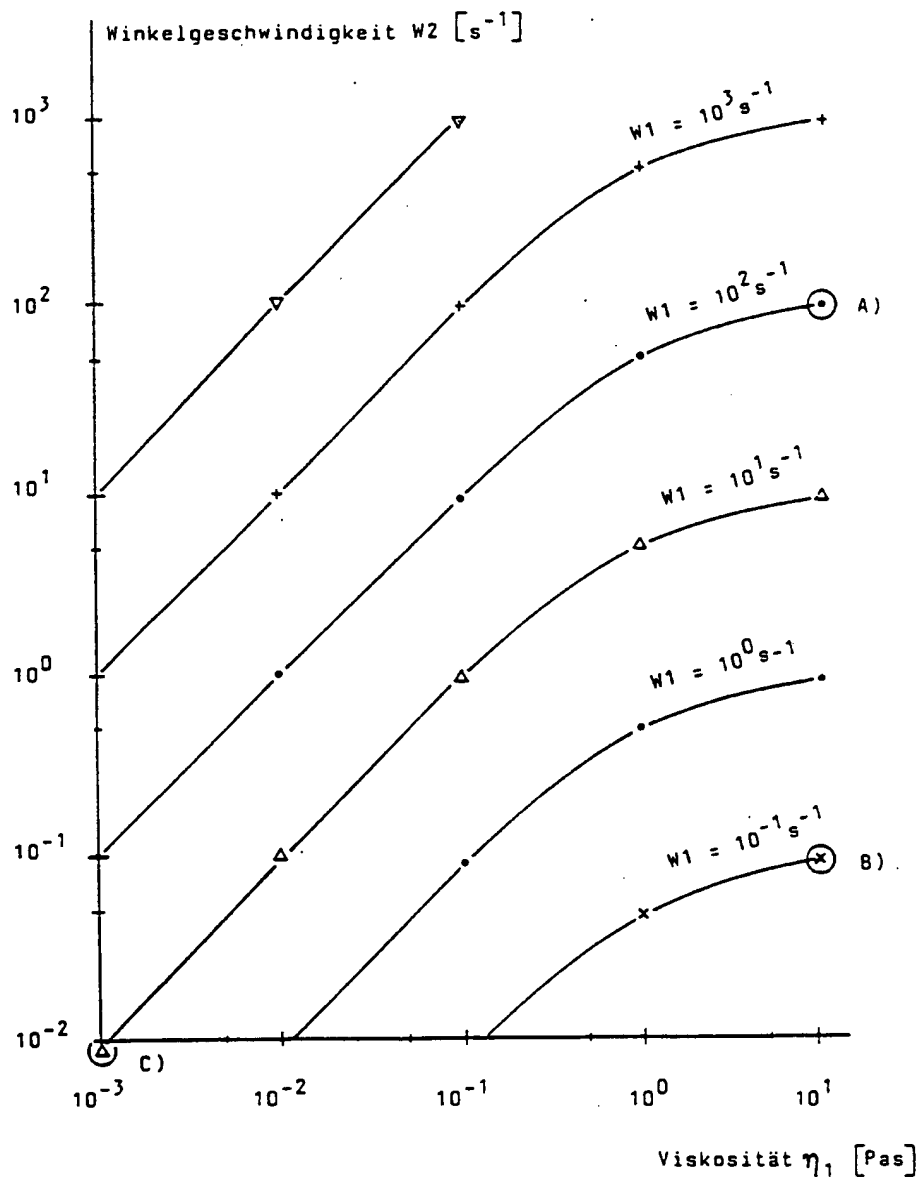


Fig. 4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/AT 93/00036

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 5 G01N11/14

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 5 G01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|------------|---|-----------------------|
| X | CA,A,1 200 116 (ONTARIO RESEARCH FOUNDATION) 4 February 1986 | 1-3,5-8 |
| Y | see page 15, line 1 - page 17, line 18; figures | 13-15 |
| Y | EP,A,0 449 586 (BRIDGESTONE CORP ET AL.) 2 October 1991 see column 7, line 45 - column 9, line 20; figures 6,9,10 | 13-15 |
| A | DATABASE WPI Section EI, Week 8614, 19 April 1986 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class S03, AN 86-093069/14 & SU,A,1 179 155 (YAROSL ELEKTRONPRIB) 15 September 1985 see abstract | 1-3,5-7 |

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *&* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

3 November 1993

Date of mailing of the international search report

17. 11. 93

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

BINDON, C

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/AT 93/00036

| C/(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | |
|--|---|-----------------------|
| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
| A | DE,A,24 52 970 (C. BAHNSEN) 13 May 1976 see page 1 - page 5 ---- | 1-3,5-7 |
| A | US,A,3 667 286 (KAUFMAN ET AL.) 6 June 1972 cited in the application see abstract; figure ---- | 16 |
| A | GB,A,2 195 777 (VIANOVA KUNSTHARZ AG) 13 April 1988 see the whole document & AT,A,392 354 cited in the application ----- | 4,8,13 |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/AT 93/00036

| Patent document cited in search report | Publication date | Patent family member(s) | Publication date |
|---|---------------------|----------------------------|---------------------|
| CA-A-1200116 | 04-02-86 | US-A- 4630468 | 23-12-86 |
| EP-A-0449586 | 02-10-91 | JP-A- 3274442 | 05-12-91 |
| | | JP-A- 3276216 | 06-12-91 |
| | | JP-A- 4177145 | 24-06-92 |
| | | US-A- 5163317 | 17-11-92 |
| DE-A-2452970 | 13-05-76 | NONE | |
| US-A-3667286 | 06-06-72 | NONE | |
| GB-A-2195777 | 13-04-88 | AT-B- 392354 | 25-03-91 |
| | | CH-A- 674901 | 31-07-90 |
| | | DE-A, C 3731317 | 31-03-88 |
| AT-A-392354 | 25-03-91 | CH-A- 674901 | 31-07-90 |
| | | DE-A, C 3731317 | 31-03-88 |
| | | GB-A, B 2195777 | 13-04-88 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Abkürzungen

PCT/AT 93/00036

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 5 G01N11/14

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationsymbole)
IPK 5 G01N

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
|------------|---|--------------------|
| X | CA,A,1 200 116 (ONTARIO RESEARCH FOUNDATION) 4. Februar 1986 | 1-3,5-8 |
| Y | siehe Seite 15, Zeile 1 - Seite 17, Zeile 18; Abbildungen | 13-15 |
| Y | EP,A,0 449 586 (BRIDGESTONE CORP ET AL.) 2. Oktober 1991 siehe Spalte 7, Zeile 45 - Spalte 9, Zeile 20; Abbildungen 6,9,10 | 13-15 |
| A | DATABASE WPI Section EI, Week 8614, 19. April 1986 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class S03, AN 86-093069/14 & SU,A,1 179 155 (YAROSL ELEKTRONPRIB) 15. September 1985 siehe Zusammenfassung | 1-3,5-7 |

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

3. November 1993

Abmeldedatum des internationalen Recherchenberichts

17. 11. 93

Name und Postanschrift der Internationale Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+ 31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

BINDON, C

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/AT 93/00036

| C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN | | |
|--|---|--------------------|
| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
| A | DE,A,24 52 970 (C. BAHNSEN) 13. Mai 1976 siehe Seite 1 - Seite 5 ---- | 1-3,5-7 |
| A | US,A,3 667 286 (KAUFMAN ET AL.) 6. Juni 1972 in der Anmeldung erwähnt siehe Zusammenfassung; Abbildung ---- | 16 |
| A | GB,A,2 195 777 (VIANOVA KUNSTHARZ AG) 13. April 1988 siehe das ganze Dokument & AT,A,392 354 in der Anmeldung erwähnt ----- | 4,8,13 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/AT 93/00036

| Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument | Datum der Veröffentlichung | Mitglied(er) der Patentfamilie | Datum der Veröffentlichung |
|--|-------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|
| CA-A-1200116 | 04-02-86 | US-A- 4630468 | 23-12-86 |
| EP-A-0449586 | 02-10-91 | JP-A- 3274442 | 05-12-91 |
| | | JP-A- 3276216 | 06-12-91 |
| | | JP-A- 4177145 | 24-06-92 |
| | | US-A- 5163317 | 17-11-92 |
| DE-A-2452970 | 13-05-76 | KEINE | |
| US-A-3667286 | 06-06-72 | KEINE | |
| GB-A-2195777 | 13-04-88 | AT-B- 392354 | 25-03-91 |
| | | CH-A- 674901 | 31-07-90 |
| | | DE-A, C 3731317 | 31-03-88 |
| AT-A-392354 | 25-03-91 | CH-A- 674901 | 31-07-90 |
| | | DE-A, C 3731317 | 31-03-88 |
| | | GB-A, B 2195777 | 13-04-88 |

